

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07310281 A**(43) Date of publication of application: **28.11.95**

(51) Int. Cl

D06M 13/224**D06M 13/148****D06M 13/207****D06M 13/46**(21) Application number: **06128386**(22) Date of filing: **17.05.94**(71) Applicant: **SANYO CHEM IND LTD**(72) Inventor:
OZAKI ICHIRO
HORIE SEIJI
SAKAI NAOSUKE
YOSHIMI MISAO**(54) SPINNING OILING AGENT FOR SYNTHETIC FIBER**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain an oiling agent, containing a fatty acid ester and a salt of a specific carboxylic acid with an organic amine derivative cation and capable of preventing the oiling agent applied from scattering in high-speed spinning, reducing a loss thereof and improving the working environment.

CONSTITUTION: This spinning oiling agent for synthetic fibers is obtained by blending (A) a fatty acid ester in an amount of 55-85 wt.% (based on the total weight of the spinning oiling agent) with (B) a salt of a carboxylic acid having a 6-14C alkyl group (preferred example: 2-ethylhexane or caprylic acid) with an organic amine derivative cation having a 6-14 alkyl group, e.g. a quaternary ammonium cation such as trimethyloctylammonium in an amount of 1-6wt.% (based on the total weight of the spinning oiling agent) and (C) a surfactant, preferably an anionic surfactant and providing

an aqueous emulsion. The resultant spinning oiling agent for the synthetic fibers is capable of preventing the emulsion from scattering and manifesting excellent yarn manufacturing effects when oiled to a polyester or nylon in high-speed spinning thereof without causing a loss in the oiling agent or polluting the working environment.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-310281

(43)公開日 平成7年(1995)11月28日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 6 M 13/224

13/148

13/207

D 0 6 M 13/ 16

13/ 22

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平6-128386

(22)出願日

平成6年(1994)5月17日

(71)出願人 000002288

三洋化成工業株式会社

京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1

(72)発明者 尾崎 一郎

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

(72)発明者 堀江 誠司

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

(72)発明者 堺 修介

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 合成繊維用紡糸油剤

(57)【要約】

【目的】 ポリエステルやナイロンの高速紡糸において、エマルジョンの飛散を防止し、油剤の損失や作業環境汚染問題を解決すること。

【構成】 脂肪酸エステルおよび特定炭素数の脂肪酸とアルキルアミン誘導体カチオンの塩などを含有した合成繊維用紡糸油剤。

【特許請求の範囲】

請求項1】 脂肪酸エステル(1)、炭素数6～14のアルキル基を持つカルボン酸(a)と、炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)の塩(2)、およびその他の界面活性剤(3)を含有することを特徴とする合成繊維用紡糸油剤。

請求項2】 有機アミン誘導体カチオン(b)が第四アンモニウムカチオンである請求項1記載の合成繊維用紡糸油剤。

請求項3】 さらに、多価アルコール類および/またはオキシカルボン酸類を含有する請求項1または2記載の合成繊維用紡糸油剤。

請求項4】 脂肪酸エステル(1)の含量が油剤の合計重量に対し55～85重量%である請求項1～3のいずれか記載の合成繊維用紡糸油剤。

請求項5】 (a)と(b)との塩(2)の含量が油剤の合計重量に対し1～6重量%である請求項1～4のいずれか記載の合成繊維用紡糸油剤。

請求項6】 10重量%水系エマルションの25℃における表面張力が26～30ダイン/cmである請求項1～5のいずれか記載の合成繊維用紡糸油剤。

請求項7】 10重量%水系エマルションの25℃におけるポリエステルフィルムに対する接触角が接触1秒で30度以下であり、且つ、接触60秒後で5度以下である請求項1～6のいずれか記載の合成繊維用紡糸油剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、合成繊維用紡糸油剤に関する。更に詳しくは高速紡糸に適した紡糸油剤に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、合成繊維の紡糸工程において、潤滑剤と界面活性剤などの混合物からなる油剤の水系エマルションが給油される。従来の油剤では、近年工業化されつつある高速紡糸プロセスにおいては、繊維系に均一付着せず、エマルションの飛散によって油剤の廃棄や作業環境汚染等の問題が発生する。

【0003】 この問題に対してパーフルオロアルキルアミンオキシドやポリオキシエチレンオクチルエーテルなどを油剤中に含有させることが提案されている(特開平4-47361号公報、特開平3-97961号公報)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、紡糸速度が3000m/分以上の高速紡糸プロセス(高速スピンドロウドロースピンなど)用の紡糸油剤としては更に付着し、並びに飛散防止性を向上した高性能の油剤が求められている。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、付着性および飛散防止性を向上した油剤を得るべく鋭意研究を重ねた結果、特定組成の油剤が飛躍的に有効であることを見だし、本発明に到達した。

【0006】 即ち、本発明は、脂肪酸エステル(1)、炭素数6～14のアルキル基を持つカルボン酸(a)と、炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)との塩(2)、およびその他の界面活性剤(3)を含有してなることを特徴とする合成繊維用紡糸油剤である。

【0007】 本発明における脂肪酸エステル(1)は、①；天然または合成の一価アルコールと一価カルボン酸とのモノエステル(例えば、イソプロピルミリスチレート、ブチルステアレート、イソオクチルパルミテート、イソオクチルステアレート、イソトリデシルステアレート、イソトリデシルオレエート、イソステアarylオレエートなど)、②；二価以上のアルコールと一価カルボン酸とのエステル(例えば、ネオペンチルグリコールジラウレート、ネオペンチルグリコールジオレエート、トリメチロールプロパントリラウレート、グリセリンモノオレエート、グリセリンジオレエート、グリセリントリオレエート、ペンタエリスリトールテトラオレエート、ソルビタンテトラオレエート、ソルビトールヘキサオレエートなど)、③；二価以上のカルボン酸と一価アルコールとのエステル(ジオクチルセバケート、ジオレイルアジペート、ジラウリルフタレート、ジイソトリデシルチオジプロピオネートなど)、④；アルコールまたはアルキルフェノールのアルキレンオキシド付加物とカルボン酸とのエステル(例えば、イソトリデシルアルコールのエチレンオキシド2モル付加物(以下EO2と略記)とチオジプロピオン酸とのエステル、ビスフェノールAのプロピレンオキシド(以下POと略記)EO付加物とラウリン酸とのエステル、トリメチロールプロパンPO付加物と椰子脂肪酸とのエステルなど)が挙げられる。

【0008】 これらの中で好ましいものは①および②である。

【0009】 本発明における炭素数6～14のカルボン酸(a)としては、カブロン酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸などの天然油脂を原料とした脂肪族一価カルボン酸、および2-エチルヘキサン酸、炭素数8～14の α -メチルカルボン酸、炭素数8～14のネオカルボン酸などの合成脂肪酸が挙げられる。

【0010】 これらの中で、特に好ましいのは2-エチルヘキサン酸、およびカプリル酸である。

【0011】 本発明における炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)としては、例えば、トリメチルオクチルアンモニウム、トリブチルオクチルアンモニウム、トリメチルココナットアルキルアンモニウム、トリメチルヘキシルアンモニウム、トリメ

チルデシルアンモニウム、トリメチルテトラデシルアンモニウム、モノメチルトリオクチルアンモニウム、などの第4級アンモニウムカチオン、ジメチルヘキシルアミン、ジメチルオクチルアミン、ジメチルココナットアルキルアミン、ジヒドロキシエチルヘキシルアミンなどのアルキルアミン、およびオクチルアミンEO4などのアルキルアミンのエチレンオキサイド付加物などが挙げられる。

【0012】これらの中で、特に好ましいのは第4級アンモニウムカチオンである。

【0013】本発明における炭素数6～14のアルキル基を持つカルボン酸(a)と、炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)との塩

(2)は、ベースオイルに別々に配合してから塩としてもいいし、あるいは、あらかじめ塩としてから配合しても良い。

【0014】本発明における炭素数6～14のアルキル基を持つカルボン酸(a)と炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)との塩(2)は、以下に示す方法等により製造することができる。例えば、2-エチルヘキサン酸とトリメチルオクチルアンモニウムの塩の場合はジメチルオクチルアミン1モルと等モル以上のジメチルカーボネートとメタノールをオートクレープに仕込み、約5Kg/cm²の加圧下、約120℃で反応させることにより、トリメチルオクチルアンモニウムメチルカーボネートのメタノール溶液を得る。次いで2-エチルヘキサン酸にトリメチルオクチルアンモニウムメチルカーボネートのメタノール溶液を80～90℃で徐々に添加し、発生する二酸化炭素およびメタノールを留去する。次いで水を添加し、十分にアニオン交換反応を行なった後、濃度調整して得られる。

【0015】本発明におけるその他の界面活性剤(3)としてはノニオン性界面活性剤およびイオン性界面活性剤が挙げられる。

【0016】ノニオン性界面活性剤としては、炭素数10～18の一価アルコールのEO付加物(例えば、ラウリルアルコールEO付加物、イソトリデシルアルコールEO付加物およびイソステアリルアルコールEO付加物)；ポリエチレングリコールの高級脂肪酸エステル[例えば、ポリエチレングリコール(数平均分子量200)モノラウレートおよびポリエチレングリコール(数平均分子量300)モノ牛脂脂肪酸エステル]；硬化ヒマシ油のEO付加物；アルキルアミンのEO付加物；高級脂肪酸アルカノールアミドなどが挙げられる。

【0017】これらの中で、好ましくは炭素数10～18の一価アルコールのEO付加物、特に好ましくは炭素数10～18の分岐一価アルコールEO低モル(7モル以下)付加物である。

【0018】イオン性界面活性剤としては、アニオン性界面活性剤(例えばアルキルスルホネートアルカリ金属

塩、高級脂肪酸カルボン酸アルカリ金属塩もしくはアミン塩、アルキル磷酸エステルアルカリ金属塩もしくはアミン塩、ポリオキシアルキレンアルキル磷酸エステルアルカリ金属塩および動植物油の硫酸化物)；両性界面活性剤(ベタイン型およびアミノ酸型)；カチオン性界面活性剤(アミン塩型および四級アンモニウム塩型)；ジメチルシロキサン基またはパーフルオロアルキル基を持つイオン性界面活性剤が挙げられる。

【0019】これらの中で、好ましいのは、アニオン性界面活性剤であり、上記の2種以上の併用が有効である。

【0020】本発明の油剤には、さらに多価アルコール類および/またはオキシカルボン酸類を含有することができる。多価アルコール類としては、多価アルコールおよびその誘導体(エーテル含有ポリオール)が挙げられる。例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ジグリセリン、デカグリセリンおよびグリセリンモノメチルエーテルが挙げられる。これらの中で好ましいのはグリセリンおよびデカグリセリンである。

【0021】オキシカルボン酸類としては、オキシカルボン酸およびその中和塩が挙げられる。オキシカルボン酸としては、例えば、グリコール酸、乳酸、リンゴ酸、酒石酸およびクエン酸が挙げられる。オキシカルボン酸の中和塩としてはアルカリ金属塩(例えば、Na塩およびK塩)；アンモニウム塩(例えば、テトラメチルアンモニウム塩、モノメチルトリエチルアンモニウム塩、モノメチルトリイソプロピルアンモニウム塩、トリメチルオクチルアンモニウム塩)；有機アミン塩(例えば、モノエタノールアミン塩、ジエタノールアミン塩、ジブチルエタノールアミン塩、トリエタノールアミン塩、トリエチルアミン塩、トリブチルアミン塩およびオクチルアミン塩)などが挙げられる。これらの中で、好ましくは乳酸および/または乳酸の有機アミン塩である。

【0022】本発明において、10重量%水系エマルションの25℃における表面張力は26～30ダイン/cmが好ましい。特に好ましいのは27～29ダイン/cmである。26ダイン/cm未満ではエマルションの垂れ落ちが多くなる傾向がある。一方、30ダイン/cmを越えるとエマルション飛散が多くなる傾向がある。

【0023】さらに、10重量%水系エマルションの25℃におけるポリエステルフィルムに対する接触角が、接触1秒後で30度以下であり、且つ、接触60秒後で5度以下のものが、エマルション飛散が著しく少なく好ましい。

【0024】本発明において、脂肪酸エステルの含量は油剤の合計重量に対し、通常50～90重量%、好ましくは55～85重量%である。脂肪酸エステルの含量が50重量%未満の場合は平滑性が低下する傾向がある。90重量%を超えるとエマルションの安定性が低下する

傾向がある。

【0025】本発明において、炭素数6～14のアルキル基を持つカルボン酸(a)と、炭素数6～14のアルキル基を持つ有機アミン誘導体カチオン(b)との塩

(2)の含量は油剤の合計重量に対し、通常0.5～8重量%、好ましくは1～6重量%である。含量が0.5重量%未満では本発明のエマルジョン特性を得ることが難しくなる傾向がある。8重量%を超えると平滑性が低下する傾向がある。

【0026】本発明において、ノニオン性界面活性剤の含量は油剤の合計重量に対し、通常5～25重量%、好ましくは10～20重量%である。含量が5重量%未満ではエマルジョンの安定性が低下する傾向がある。25重量%を超えると平滑性が低下するとともにサイジング特性も劣性となる傾向がある。

【0027】本発明において、イオン性界面活性剤の含量は油剤の合計重量に対し、通常3～10、好ましくは4～8重量%である。含量が3重量%未満では本発明のエマルジョン特性を得ることが難しくなる傾向がある。また静電気防止性能が低下する。10重量%を超えると平滑性が低下するとともに、ローラーやガイドへの油剤脱落物が多くなる傾向がある。

【0028】本発明において、多価アルコール類の含量は油剤の合計重量に対し、通常7重量%以下、好ましくは5重量%以下である。7重量%を超えると油剤原液の安定性が低下する傾向がある。

【0029】本発明において、オキシカルボン酸類の含量は油剤の合計重量に対し、通常8重量%以下、好ましくは6重量%以下である。8重量%を超えると油剤原液の安定性およびエマルジョンの安定性が低下する傾向がある。

【0030】本発明の油剤には本発明のエマルジョン特性から逸脱しないかぎり任意の成分が使用可能である。任意の成分としては潤滑剤(例えば、鉱物油、シリコン油、およびポリエーテル)、油性向上剤(例えば、高級脂肪酸および高級脂肪族アミン)、極圧添加剤、防錆剤、酸化防止剤、およびその他の機能添加剤などを含有することができ、これらの種類について特に限定はない。

【0031】本発明の油剤は合成繊維の溶融紡糸工程において、水系エマルジョンとして紡出糸条に給油される。

【0032】エマルジョンの濃度は0.5～30重量%の範囲の任意の濃度の選択が可能である。好ましくは5～20重量%である。

【0033】エマルジョンの給油方法については特に限

定はなく、ノズル給油、ローラー給油など、いずれでもよい。

【0034】油剤の付着量は繊維に対して純分で0.3～2.0重量%、好ましくは0.5～1.5重量%である。

【0035】適用される合成繊維としてはポリエステル、ナイロン、およびポリプロピレンなどが挙げられる。糸銘柄については特に限定はないが、200デニール以下の編織用途の原糸に好適である。

【0036】

【実施例】以下、実施例等により本発明をさらに説明するが、本発明はこれに限定されない。以下において、部および%はそれぞれ重量部および重量%を示す。

【0037】実施例1～4、比較例1～4

表1のベース油剤に表2記載の化合物を添加し、表3

(実施例1～4)および表4(比較例1～4)記載組成の油剤を作成し、該油剤の10%水系エマルジョンを作成した。次に市販のポリエステルフィラメント(75デニール、36フィラメント)を脱脂した糸を張力10gに調整しながら500m/分の速度で走行させ、各油剤の10%エマルジョンを走行糸重量の10%なるように(目標油剤付着量:1.0%)定量ポンプを調整してノズル給油した。給油ノズル直下6cmにインターレースノズルをセットし、0.5Kg/cm²平方の圧縮空気を送気し強制的に油剤を飛散させた後、巻き取った。各油剤エマルジョンの物性、機能および巻き取り糸の油剤付着効率の評価結果を表3および表4に示す。

【0038】〔評価項目、方法〕

表面張力:10%エマルジョンの表面張力を協和界面科学社製のCBVP-A3型自動表面張力計で測定した。

(単位:ダイン/cm、測定温度:25℃)

接触角:10%エマルジョンのポリエステルフィルムに対する接触1秒後および60秒後の接触角を協和界面科学社製のCA-Z型自動接触角計(画像処理方式)で測定した。(単位:度、測定温度:25℃)

湿潤性:100ccビーカーに10%エマルジョンを50cc採取し、25℃の恒温槽で15分間温度調整した後、エマルジョン表面に2cm×2cm×3mm(厚み)のウールフェルトを静かに浮かべ液中に沈下するまでの時間(秒)を測定した。5回行なって平均値を算出した。(単位:秒)

油剤付着効率:給油糸の油剤付着量(P%)を測定し、下式で油剤付着効率を示した。

油剤付着効率 = $P \times 100$ [%]

【0039】

【表1】

イソトリデシルオレエート	60部
イソトリデシルEO2	12部
グリセリンモノオレエート	10部
硬化ヒマシ油EO20モル付加物	8部
イソトリデシル燐酸エステルK塩	1部
パラフィンスルホネートNa塩 (バイエル社製 ワロラートU)	3部
オレイン酸K塩	1部

【0040】

【表2】

	(本発明に使用の化合物)	
化合物1	2-エチルヘキサン酸・トリメチルオクチルアンモニウム塩	
化合物2	カプリル酸・トリメチルオクチルアンモニウム塩	
化合物3	2-エチルヘキサン酸・オクチルアミンEO2塩	
化合物4	カプリン酸	
化合物5	オクチルアミンEO2	
化合物6	グリセリン	
化合物7	乳酸・トリエタノールアミン塩	
化合物8	パルミチン酸・ジメチルオクチルアミン塩	
化合物9	カプリル酸・テトラメチルアンモニウム塩	
化合物10	オクチルEO2	
化合物11	変性シリコン (信越化学社製 X22-904)	

【0041】

【表3】

	実 施 例			
	1	2	3	4
ベース油剤	95	95	95	95
化合物1	3			
化合物2		3		
化合物3			3	
化合物4				1.5
化合物5				1.5
化合物6	1	1	1	1
化合物7	1	1	1	1
表面張力	28.0	28.4	29.0	29.2
接触角*1	28.5	29.0	29.2	29.8
接触角*2	3.5	4.0	4.4	4.8
湿潤性	3.0	3.5	3.4	4.2
油剤付着効率	96	94	92	92

*1: 接触1秒後の接触角

*2: 接触60秒後の接触角

【0042】

【表4】

比 較 例				
	1	2	3	4
ベース油剤	95	95	95	95
化合物6		1	1	
化合物7		1	1	
化合物8		3		
化合物9			3	
化合物10				5
化合物11			0.1	0.1
表面張力	30.2	30.4	27.2	26.5
接触角*1	38.4	34.2	32.5	27.8
接触角*2	13.5	12.5	5.8	4.6
濡潤性	9.5	8.8	4.5	4.2
油剤付着効率	60	70	76	80

*1：接触1秒後の接触角

*2：接触60秒後の接触角

【0043】表3および表4の結果からも明らかなように本発明の油剤（各実施例）は、いずれも、高度の付着性を有していることが判る。

【0044】次に表3の実施例1～3と表4の比較例1～3の10%エマルションを用い、スピンドロー方式（引き取り速度：3000m/分、延伸速度：5000m/分、給油：ノズル給油方式）で50デニール36フ

ィラメントのポリエステル繊維を紡糸した。紡糸中の糸切れ回数（1時間当り）、原糸品質（毛羽数、染色性）の評価結果およびエマルション飛散、スカム発生の比較結果を表5に示す。なお毛羽数は得られた原糸ケーキ20個について毛羽数を測定し、100万メートル当りの数で表した。また染色性は得られた原糸で編地を作成し、これを染色して染色斑の程度を判定した。

【0045】

【表5】

	糸切れ	毛羽数	染色性	エマルシ ン飛散	スカム 発生
実 施 例	1 2 3	0.1 0.1 0.1	0.2 0.3 0.3	正常 正常 正常	少 少 少
比 較 例	1 2 3	0.2 0.4 0.3	0.6 0.8 0.8	染色斑 あり 染色斑 あり 染色斑 あり	多 多 多

【0046】表5の結果からも本発明の油剤（各実施例）は、従来油剤に比べ、エマルションの飛散も少なく、糸導（ガイド、ローラー）でのスカム発生も低減され良好な結果が得られた。また従来系と同等以上の工程通過性を示した。中でも本発明油剤1用いた原糸が良好であった。

【0047】

【発明の効果】本発明の紡糸油剤は、ポリエステルやナイロンの溶融紡糸、延伸に際して、優れた製糸特性を示す。とりわけ、紡糸速度が3000m/分以上の、1ス

テップで編織可能なフィラメント原糸を得る高速紡糸プロセス（高速スピンドロー、ドロースピン）において、エマルションの付着効率が極めて高く、所望通りの平滑性、制電性、金属摩耗防止性などを繊維に付与することができ、製糸性、後加工性とも改善される。また、エマルションの飛散が少ないことから、油剤ロスの低減、製糸作業環境の改善などの効果が期待できる。更に、スカム発生が少ないことから、清掃周期延長などのメンテナンス軽減効果も期待できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

D 0 6 M 13/46

識別記号

庁内整理番号

F 1

技術表示箇所

D 0 6 M 13/46

(72) 発明者 吉見 操

京都市東山区一橋野本町11番地の1 三洋
化成工業株式会社内